

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-071592

(43)Date of publication of application : 23.04.1985

(51)Int.Cl.

C30B 13/28

(21)Application number : 58-181211

(71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 29.09.1983

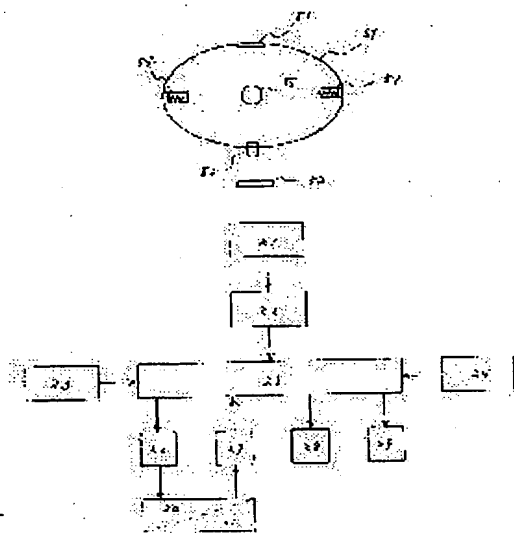
(72)Inventor : YAMADA KUNIHARU

## (54) MANUFACTURE OF SINGLE CRYSTAL

## (57)Abstract:

PURPOSE: To manufacture a single crystal having a stable outer crystal diameter by making a part of the inside of a rotating ellipsoidal mirror irreflexive to eliminate a lamp image, and feeding the crystal diameter measured with an optical detecting method back to the temp. or the height of a molten liquid.

CONSTITUTION: A reflection preventing plate 56 is set opposite to a screen 52 in a rotating ellipsoidal reflection mirror 51, and the reflection of the image of a light source 54 on the screen 52 through a quartz tube 55 and a lens 56 is prevented to increase the contrast ratio of the growing crystal to the rear part. The crystal diameter is measured through an optical system 21 and a camera part 22, and inputted to a controller part 25. The controller part 25 processes the image from the camera part 22 only when the signal from a timing part 23 is obtained. The signal processed at the controller part 25 then controls the lamp power at a power controlling part 30 through a D-A converter 26, controlling the temp. of a molten liquid or regulating the height of the molten liquid with a gap regulator 31, and is fed back to the controller 25 through an A-D converter 27.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## ⑫ 特 許 公 報 (B 2)

平5-34317

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>  
 C 30 B 13/30  
 // C 30 B 29/22

識別記号 庁内整理番号  
 9151-4G  
 7821-4G

⑭公告 平成5年(1993)5月21日

発明の数 1 (全4頁)

⑮発明の名称 単結晶の製造方法

⑯特 願 昭58-181211

⑰公 開 昭60-71592

⑱出 願 昭58(1983)9月29日

⑲昭60(1985)4月23日

⑳発 明 者 山 田 邦 晴 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 株式会社諏訪精工舎内  
 ㉑出 願 人 セイコーエプソン株式 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号  
 会社  
 ㉒出 願 人 ニチデン機械株式会社 滋賀県大津市晴嵐2丁目9番1号  
 ㉓代 理 人 弁理士 鈴木 喜三郎 外1名  
 審 査 官 井 出 隆 一  
 ㉔参 考 文 献 特公 昭47-47761 (JP, B1)

1

2

## ㉕特許請求の範囲

1 ハロゲンランプ等の高温の光源から発する光を反射鏡またはレンズを用いて集光し、該集光部において、原料棒と種結晶とを熔融帯を仲介として結合してフローティングゾーンを形成し、該フローティングゾーンを一定速度で移動することにより、前記種結晶上に結晶を析出させるフローティングゾーン法において、回転楕円面鏡内のスクリーンと対向する部位を無反射状態とすることにより、ランプ像を消去し、育成中の結晶と背部のコントラスト比を高めた状態で、種結晶をセットしたシャフトから回転同期信号を取り出し、結晶の所定部分の直径を光学的検出法を用いて測定し、これを融液の温度、あるいは融液の高さにフィードバックすることにより、育成結晶の直径を制御することを特徴とする単結晶の製造方法。

## 発明の詳細な説明

本発明はFZ法における、新規な単結晶の製造方法に関する。

本発明の目的は、良質な単結晶を得ることである。

本発明の他の目的は、装置の自動化を促進し、安価な単結晶を得ることである。

従来メルト法による単結晶製造方法として、ベルヌーイ法及び引き上げ法が知られている。しか

しベルヌーイ法は水素ガスを使用する為、安全上問題があり、引き上げ法は高価なルツボを必要とし、汚染の心配がある等の問題点を有している。そこで、ルツボが不要で汚染の心配がなく、危険なガスを使用する必要のないFZ法が注目を集めている。

第1図にFZ法の概要を示す。

ここで、1は回転楕円面鏡、2はハロゲンランプ、3は石英管、4はガス導入口、5はガス排出口、6は原料棒、7は種結晶、8は熔融帯、9は上部シャフト、10は下部シャフトである。

上部シャフト9に原料棒6をセットし、下部シャフト10に、種結晶7をセットする。

ハロゲンランプ2のパワーを上げ、回転楕円面鏡1により該ハロゲンランプの光を石英管3の中央部に集光する。この時、同時にガス導入口4から雰囲気ガスを導入し、ガス排出口5から雰囲気ガスを排出する。なお雰囲気ガスとしては、通常空気が使用されるが、材質に応じて、アルゴン、窒素、一酸化炭素、二酸化炭素、水素等が使用される。

集光部において、原料棒6の先端と種結晶7の先端とを熔融接触させて、熔融帯8を形成する。この時、上部シャフト9及び下部シャフト10は、同方向ないしは逆方向に回転させ、上下のシ

3

シャフトが同時に下方へ移動することにより結晶が育成される。

かかるFZ法における結晶育成では、これまで結晶径を一定に保つための制御は行なわれておらず、専ら溶融帯の状況を目視で観察しながら、ランプパワーの制御、あるいは溶融帯の高さを調節していた。

この為結晶外径が変動し、極端な場合には融液のタレ、あるいは溶融帯での破断が生じて、良質な単結晶が得られなかった。

又、1人の人が監視できる装置台数も限定され、結晶の価格も高価なものとなっていた。

本発明はかかる欠点を除去するもので、回転楕円面鏡内のスクリーンと対向する部位を無反射状態とすることにより、ランプ像を消去し、育成中の結晶と背部のコントラスト比を高めることが可能となった結果、種結晶をセットしたシャフトから回転同期信号を取り出し、結晶の所定部分の直径を光学的検出法を用いて測定し、これを融液の温度、あるいは融液の高さにフィードバックすることにより極めて結晶外径の安定した単結晶が得られた。

以下、実施例により本発明について更に詳細に説明する。

#### 実施例 1

第2図に、本発明に基づくシステムのブロック図を示す。

ここで、21は光学系、22はカメラ部、23はタイミング部、24はキー入力部、25はコントローラ部、26はDA変換器、27はAD変換器、28は表示部、29はプリンター部、30はランプパワーコントロール部、31はギャップ調整部である。

カメラ部22はライセンサ、あるいはビデオカメラ等のエリアセンサのいずれも使用可能であるが、高解像度を必要とする場合にはラインセンサを使用する。

コントローラ部25は、タイミング部23の信号を得た時のみカメラ部22からの像の処理を行なう。これは結晶の断面が真円ではなく、ほぼ楕円形状となる為、下部シャフト10から回転同期信号を取り出し、結晶の定められた部分の直径を測定する。

コントローラ部25で処理された信号は、DA

4

変換器26を経て、ランプパワーコントロール部30でランプパワーを調節し、融液の温度を制御する。あるいはギャップ調整31でギャップ調整を行ない、融液の高さを調節する。

5    なお、ランプパワー及びギャップは、AD変換器27を経てコントローラ25に再度フィードバックされる。

一方、キー入力部24では初期の各種定数をインプットし、表示部28はその時のランプパワー等を表示する。更にプリンター部29は、所定の時間毎にPIDの各定数、その時の結晶径等をプリントアウトする。

第3図は、従来装置においてスクリーン上に映し出された像の状況を示す。

15    ここで、41は原料棒、42は育成結晶、43は溶融帯、44はランプの像である。

従来のFZ装置は、回転楕円面鏡の内部が全面にわたり金メッキされている為、該回転楕円面鏡内のスクリーンと対向する部位のランプ像がスクリーン上に映し出され、結晶と背部のコントラスト比を低下せしめる為コントローラ部25における信号処理に大きな負担がかかっていた。

そこで第4図に示す如く、回転楕円面鏡51内のスクリーン52と対向する位置に反射防止板53をセットし、ランプ54の像が石英チューブ55、及びレンズ56を透過して、スクリーン上に映し出されるのを防止した。

この時の結晶径測定の様子を第5図に示す。

30    ここで、61は原料棒、62は育成結晶、63は溶融帯である。今、結晶径測定部をA-A'(固液界面の上0.5~5ミリメートルの部位)とすると、従来目視では結晶径の制御精度が10ミリメートル±0.5ミリメートル前後であつたが、±0.05ミリメートル以内に制御され、同時に融液のタレ、溶融帯での破断が防止され、極めて安定な結晶育成が可能となった。しかも結晶径が変動すると、色ムラや気泡を生じ易くなる為、品質的に問題であつたが、かかる欠点も除去され、極めて良質な単結晶が得られた。又、反射防止板を取り付けない場合に比べて、コントローラ部の演算処理が軽減され、安価なシステムで充分コントロールできる様になった。更に、目視による監視では3~5台の処理がやつとであつたが、本発明によれば20~30台を同時に監視することが可能となり、単結

5

6

晶の低価格化に大きく貢献した。

本実施例においては、回転楕円面鏡内の一部を無反射状態とする手段として、反射防止板を取り付ける場合を例にあげて説明したが、同部位を梨地にする等の方法をとった場合も、同様の効果を示した。又カメラ部にラインセンサを用いた場合を図示して説明したがエリアセンサを用いた場合も同様の効果を示した。

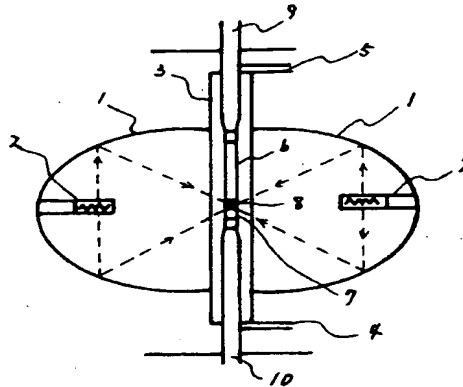
以上詳述した如く本発明によれば、ルビー、サファイア、アレキサンドライト等の宝石用単結晶

は勿論、YIG、YAG、GGG等の工業用単結晶にも応用され、良質で安価な単結晶を供給するものである。

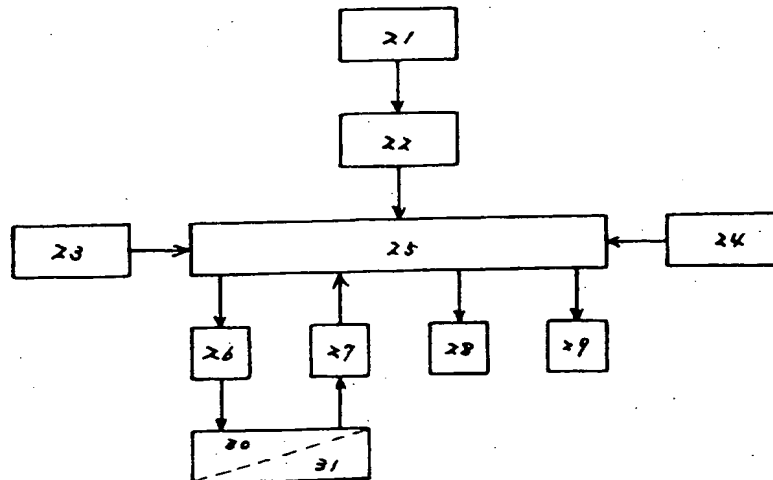
#### 図面の簡単な説明

第1図はFZ法の概要を示す。第2図は本発明に基づく製造システムのブロック図を示す。第3図は従来装置においてスクリーン上に映し出された像の状況を示す。第4図は本発明に基づく装置の平面図を示す。第5図は本発明による結晶径測定の様子を示す図である。

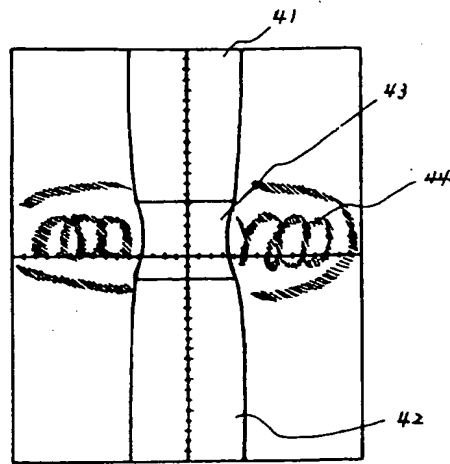
第1図



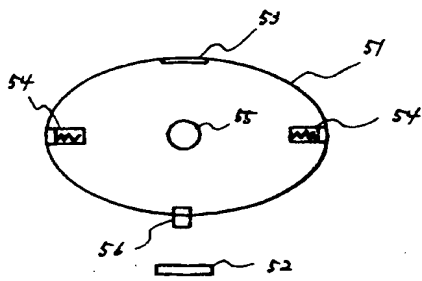
第2図



第 3 図



第 4 図



第 5 図

